(19) 日本国特許庁 (JP)

# (12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

# 特開平11-12514

(43)公開日 平成11年(1999)1月19日

(51) Int.Cl.6		F I C 0 9 D 11/00 C 0 9 B 67/22 C C 0 7 D 251/68		
401/14	251	401/14 251 審査請求 未請求 請求項の数1 O	L (全 12 頁)	
(21)出願番号	<b>特顯平9-168486</b>	(71) 出願人 000005968 三菱化学株式会社		
(22)出顧日	平成9年(1997)6月25日	東京都千代田区丸の内二丁 (72)発明者 西村 透 神奈川県横浜市青葉区鴨志	郡千代田区丸の内二丁目 5 番 2 号 透 川県横浜市青葉区鴨志田町1000番地	
		三菱化学株式会社横浜総合 (72)発明者 佐野 秀雄 神奈川県横浜市青葉区鴨志 三菱化学株式会社横浜総合	田町1000番地	
		(72)発明者 山田 昌宏 神奈川県横浜市青葉区鴨志 三菱化学株式会社横浜総合		
		(74)代理人 弁理士 長谷川 鳴司		

# (54) 【発明の名称】 記録液

#### (57) 【要約】

(修正有)

【課題】 高濃度で無彩色の黒色記録物を得ることができ、耐水性、耐光性が優れ且つ保存安定性も良好な記録液の提供。

【解決手段】 水性媒体と、遊離酸の型が下記一般式 [1]で示される色素から選ばれる少なくとも一種と、

C. I. (カラーインデックス) アシッドイエロー1 7:1、23、49、65、104、155、183、194及びC. I. ダイレクトイエロー86、106、132、142、194、並びに遊離酸の型が下記一般式(a) で表わされる化合物からなる群から選ばれる少なくとも一種とを併用する。

(1)

(式中、R1 及びR2 は、それぞれ独立して、水素原子、置換基を有していてもよい炭素数1ないし6のアルキル基又はアルコキシ基を表わし、m及びnは、1又は2を表わす)

$$A r - N = N - J - N - X_{1} - \begin{cases} N - R_{4} \\ R_{3} \\ \vdots \\ N - R_{5} \end{cases}$$

$$A r_{1} - N = N - J_{1} - N - \begin{cases} N - R_{4} \\ L \\ N - R_{5} \\ \vdots \\ R_{6} \end{cases}$$
(a)

# Best Available Copy

# 【特許請求の範囲】

【請求項1】 水性媒体と、遊離酸の型が下記一般式 [1]で示される色素から選ばれる少なくとも一種と、C. I. (カラーインデックス)アシッドイエロー17:1、23、49、65、104、155、183、

194及びC. I. ダイレクトイエロー86、106、132、142、194、並びに遊離酸の型が下配一般式(a)で表わされる化合物からなる群から選ばれる少なくとも一種とを併用することを特徴とする記録液。 【化1】

(I)

のアルコキシ基を表わし、m及びnは、1又は2を表わ

(式中、R1 及びR2 は、それぞれ独立して、水素原子、置換基を有していてもよい炭素数1ないし6のアルキル基又は置換基を有していてもよい炭素数1ないし6

す)

【式中、Ar 及び $Ar_1$  はそれぞれ独立してアリール基 又は置換アリール基を表わし、Ar 及び $Ar_1$  の少なく とも一つはCOOH 基及びCOSH 基の中の少なくとも 一つを有し、J 及び J 1 はそれぞれ独立して下式

(1)、(2)又は(3)

[(t3)]
$$(1) \qquad (2) \qquad (3)$$

$$W_1 \qquad W_2 \qquad W_3$$

$$R_7 \qquad HO \qquad N \qquad O \qquad HO \qquad N \qquad N$$

【式中、各R7 は、それぞれ独立して水素原子、アルキル基、置換アルキル基、アルコキシハロゲン基、CN基、ウレイド基又はNHCOR8 基を表わし、R8は水素原子、アルキル基、置換アルキル基、アリール基、置換アリール基、アラルキル基又は置換アラルキル基を表わし、W1 はそれぞれ独立してアルキル基を表わし、W2 はそれぞれ独立して水素原子、CN基、CONR12R13基、ピリジニウム基又はCOOH基を表わし、Qは炭素数2ないし8のアルキレン鎖を表わし、W3 は水素原子、アルキル基又はCOOH基を表わし、R12及びR13は、それぞれ独立して水素原子、アルキル基を表わす〕で表わされる連結基を示し、R3、R4、R5 及びR6 は、それぞれ独立して水素原子、ア

ルキル基又は置換アルキル基を表わし、Lは、二価の連 結基を表わし、IはO又は1であり、X<sub>1</sub> はそれぞれ独

立してカルボニル基又は下式(4)、(5)又は(6)

【式中、Z1 は、OR9、SR9 又はNR10R11を表わし、Y1 は、水素原子、塩素原子又はCN基を表わし、Y2 は、塩素原子又はCN基を表わし、R9、R10及びR11はそれぞれ独立して水素原子、アルケニル基、置換アルキル基、置換アルキル基、置換アルキル基、でリール基、アラルキル基又は置換アラルキル基を表わし、またR14及びR15は、これらが結合された窒素原子と一緒に五員環又は六員環を形成することがある〕で表わされる連結基を示し、該一般式(a)の化合物がSO3 H基を持たないときは、少なくとも二つの、COOH基又はCOSH基を有し、一般式(a)の化合物がSO3 H基を持つときは、式中にCOOH基及びCOSH基から選ばれた基が少なくともSO3 H基の数と同数存在する}

【発明の詳細な説明】

[0001]

【発明の属する技術分野】本発明は、記録液に関する。

詳しくは、特定の構造の色素を併用する黒色系記録液に 関する。本発明の記録液は、印字品位が良好であると共 に、記録画像の濃度が高く、耐水性、耐光性及び保存安 定性が良好であり、インクジェット記録用及び筆記具用 に好適である。

#### [0002]

【従来の技術】直接染料や酸性染料の水溶性色素を含む記録液の液滴を微小な吐出オリフィスから飛翔させて記録を行う、即ち、インクジェット記録方法が実用化されている。この記録液に関しては、長時間安定した吐出が可能であることの他、電子写真用紙等のPPC(プレインペーパー コピア)用紙、ファンホールド紙(コンピューター等の連続用紙)等の一般事務用に汎用される記録紙に対する定着が速く、しかも印字物の印字品位が良好であること、即ち、印字に滲みがなく輪郭がはっきりしていることが要求されると共に、記録液としての保存時の安定性も優れていることが必要であるので、記録液に使用できる溶剤は著しく制限される。

【0003】一方、記録液用の色素に関しては、上記のような限られた溶剤に対して十分な溶解性を有すると共に、記録液として長時間保存した場合にも安定であり、また印字された画像の濃度が高く、しかも耐水性、耐光性に優れていること等が要求されるが、これらの多くの要求を同時に満足させることは困難であった。

【0004】このため、従来から種々の方法(例えば特開昭55-144067号、特開昭55-152747号、特開昭57-207660号、特開昭58-147470号、特開昭61-62562号、特開昭61-101576号、特開昭61-261377号、特開昭62-190271号、特開昭62-190271号、特開昭62-190272号、特開昭62-257971号、特開昭62-246975号、特開昭62-257971号、特開昭62-288659号、特開昭63-8463号、特開昭63-22867号、特開昭63-23484号、特開昭63-63764号、特開昭6

3-105079号、特開昭64-31877号、特開平1-93389号、特開平1-210464号、特開平2-140270号、特開平3-167270号、特開平3-200882号等各公報)が提案されている。

# [0005]

【発明が解決しようとする課題】市場からは、印字物の 濃度、耐光性、保存安定性、耐水性等の諸性能において 従来のものに比べて優れた色素が要求されているが、これ迄に提案されたものは、いずれも性能上市場の要求を 十分に満足しておらず、製造の容易な色素の開発には至っていない。本発明の目的は、インクジェット記録用及 び筆記具用等として、普通紙に記録した場合にも印字品 位が良好であると共に、記録画像の濃度が高く、耐水性 や耐光性に優れており、長期間保存した場合の安定性が 良好である記録液を提供することにある。また、本発明 の他の目的は、ニュートラルな色調の黒色印字物を得る ための記録液を提供することにある。

# [0006]

【課題を解決するための手段】本発明者等は、上記課題を解決するために鋭意検討した結果、記録液成分として、特定の構造の色素と黄色色素とを組み合わせることにより、高濃度の耐光性に優れた無彩色の黒色系記録液が得られることを見い出し、本発明を完成するに至った。

【0007】即ち、本発明の要旨は、水性媒体と、遊離酸の型が下記一般式 [1]で示される色素から選ばれる少なくとも一種と、C. I. (カラーインデックス)アシッドイエロー17:1、23、49、65、104、155、183、194及びC. I. ダイレクトイエロー86、106、132、1.42、194、並びに遊離砂の型が下記一般式 (a)で表わされる化合物からなる群から選ばれる少なくとも一種とを併用することを特徴とする記録液。

【0008】 【化5】

(1)

【0009】(式中、R1 及びR2 は、それぞれ独立して、水素原子、置換基を有していてもよい炭素数1ないし6のアルキル基又は置換基を有していてもよい炭素数1ないし6のアルコキシ基を表わし、m及びnは、1又は2を表わす)

[0010]

【化6】

$$A r - N = N - J - N - X_{1} - \begin{cases} N - R_{4} \\ R_{3} \\ L \\ N - R_{5} \end{cases}$$

$$A r_{1} - N = N - J_{1} - N - X_{1} - X_{1} - X_{1}$$

$$R_{8}$$
(a)

【 O O 1 1 】 {式中、A r 及びA r 1 はそれぞれ独立してアリール基又は置換アリール基を表わし、A r 及びA

 $r_1$  の少なくとも一つはCOOH基及VCOSH基の中の少なくとも一つを有し、VCOH はそれぞれ独立して下式(1)、(2) 又は(3)

[0012]

[
$$(t7)$$
]
(1)
(2)
(3)
$$W_1$$

$$W_2$$

$$W_3$$

$$W_1$$

$$W_2$$

$$W_3$$

$$W_4$$

$$W_5$$

$$W_4$$

$$W_5$$

$$W_7$$

【0013】〔式中、各R7は、それぞれ独立して水素 原子、アルキル基、置換アルキル基、アルコキシハロゲ ン基、CN基、ウレイド基又はNHCORg 基を表わ し、R8は水素原子、アルキル基、置換アルキル基、ア リール基、置換アリール基、アラルキル基又は置換アラ ルキル基を表わし、W1 はそれぞれ独立してアルキル基 を表わし、W2 はそれぞれ独立して水素原子、CN基、 CONR12R13基、ピリジニウム基又はCOOH基を表 わし、Qは炭素数2ないし8のアルキレン鎖を表わし、 W3 は水素原子、アルキル基又はCOOH基を表わし、 R12及びR13は、それぞれ独立して水素原子、アルキル 基又は置換アルキル基を表わす〕で表わされる連結基を 示し、R3 、R4 、R5 及びR6 は、それぞれ独立して 水素原子、アルキル基又は置換アルキル基を表わし、L は、二価の連結基を表わし、IはO又は1であり、X1 はそれぞれ独立してカルボニル基又は下式(4)、

(5) 又は(6)

[0014]

【0015】〔式中、Z1は、OR9、SR9又はNR10R11を表わし、Y1は、水素原子、塩素原子又はCN基を表わし、R9、R10及びR11はそれぞれ独立して水素原子、アルケニル基、置換アルケニル基、アリール基、置換アリール基、アラルキル基を表わし、またR14及びR15は、これらが結合された窒素原子と一緒に五員環又は六員環を形成することがある〕で表わされる連結基を示し、該一般式(a)の化合物がSO3H基を持つときは、式中にCO

OH基及びCOSH基から選ばれた基が少なくともSO 3 H基の数と同数存在する】、にある。以下、本発明を詳細に説明する。

# [0016]

【発明の実施の形態】インクジェット記録法により印字を行う際、ブラックの印字を行う場合には、ブラックの記録液について、他の色調を帯びていない、ニュートラルな色調を持つものが理想的である。また、マゼンタ、シアン、イエローの三原色と混合し、フルカラー画像を得る際もブラック記録液に求められる色調もまた同様である。

【0017】本発明の特徴は、記録液成分として遊離酸型で一般式[I]で表わされる色素を主成分とし、これに既存の黄色色素を組み合わせて用いることにあるが、この遊離酸型で一般式[I]で表わされる色素は、溶解性、耐光性、等の前述した記録用色素として、特に、インクジェット記録法に用いる記録液の記録剤としての重要な特性に関して極めて優れたものである。しかし、色調に関しては、やや青色気味のブラック色を呈するため、この色素のみではブラック原色用の記録剤としては十分なものとはいえない。

【0018】一方、C. I. アシッドイエロー17: 1、23、49、65、104、155、183、19 4、C. I. ダイレクトイエロー86、106、13 2、142、194、並びに遊離酸の型が下記一般式 (a) で表わされる化合物からなる群から選ばれる色素 は、溶解性、耐水性、耐光性等前述の記録液の記録剤と して、特にインクジェット記録法に用いる記録液の記録 剤としての重要な性能に関して極めて優れたものである。

【0019】従って、本発明においては、遊離酸型で一 般式〔I〕で表わされる色素と、C. I. アシッドイエ D-17:1,23,49,65,104,155,183、194、C. I. ダイレクトイエロー86、10 6、132、142、194、並びに遊離酸の型が下配 一般式(a)で表わされる化合物からなる群から選ばれ る色素の一種以上とを併用することにより、前記請求項 1において、遊離酸型で一般式[1]で表わされる色素 のやや青色気味の色調を、C. I. アシッドイエロー1 7:1,23,49,65,104,155,183, 194、C. I. ダイレクトイエロー86、106、1 32、142、194、並びに遊離酸の型が下記一般式 (a) で表わされる化合物からなる群から選ばれる染料 群により相殺することによって、理想的なニュートラル なブラック原色を呈し、且つ、溶解性、溶解安定性、耐 水性、耐光性等の重要な特性についても優れた記録液が 得られた。

【0020】本発明に用いられる遊離酸の型が一般式 [1]で示される色素については、R1 及びR2 は、それぞれ独立して、水素、置換基を有していてもよい炭素 数1ないし6のアルキル基又は置換基を有していてもよい い炭素数1ないし6のアルコキシ基である。

【0021】この場合、アルキル基としては、例えばメチル基、エチル基、nープロピル基、iープロピル基、tーブチル基、iーブチル基、tーブチル基、nーペンチル基、secーアミル基、tーアミル基、ヘキシル基等が挙げられる。また、アルコキシ基としては、例えばメトキシ基、エトキシ基、nープロポキシ基、iープロポキシ基、tートキシ基、iーブトキシ基、secーブトキシ基、tー

ブトキシ基、ペンチルオキシ基、ヘキシルオキシ基等が 挙げられる。また、アルキル基の置換基としては、フェ ニル基等が挙げられ、アルコキシ基の置換基としては、 アルコキシ基、ヒドロキシル基、フェニル基、ベンジル オキシ基等が挙げられる。

【0022】そして、式[I]で示される色素の具体例 としては、例えば表1に示す $(I)-1\sim(I)-28$ の化合物が挙げられる。

【0023】 【表1】

表 1

[0024]

【表2】

表 1 (続き)

番号	構 造 式
(1)-6	HOOC $\sim$ N=N $\sim$ N=N $\sim$ NH $\sim$ COOH
(1)-7	COOH $OC_4H_9(n)$ OH $OC_4H_9$
(1)-8	COOH $OC_3H_7(i)$ OH $OC_3H_7(i)$ OH $OC_3H_7(i)$ OH
(I)- <del>0</del>	ОС <sub>2</sub> Н <sub>6</sub> ОН СООН СООН SO <sub>3</sub> H
(1)-10	HOOC $N=N$ $OC_2H_4OC_2H_5$ $OH$ $OC_2H_4OC_2H_5$ $OH$ $OC_2H_4OC_2H_5$

[0025]

【表3】

表 1 (続き)

番号	標 造 式
(1)-11	COOH OC <sub>6</sub> H <sub>13</sub> (n) OH COOH  CH <sub>3</sub> COOH  COOH  COOH  COOH  COOH
(1)-12	COOH $COOH$ $OCH_8$ $OH$ $OH$ $OH$ $OH$ $OH$ $OH$ $OH$ $OH$
(1)-13	HOOC - N=N - OC <sub>2</sub> H <sub>5</sub> OH - NH - COOH
(1)-14	HOOC $OC_3H_7(n)$ OH $OC_3H_7(n)$ OH $OC_3H_7(n)$ SO <sub>3</sub> H $OC_3H_7(n)$ SO <sub>3</sub> H
(1)-15	H00C OCH3 OH NH OCH3 OH

[0026]

【表4】

表 1 (続き)

番 号	構 造 式
(1)-16	OC <sub>4</sub> H <sub>9</sub> (n) OH COOH OC <sub>4</sub> H <sub>9</sub> (n) SO <sub>3</sub> H
(1)-17	HOOC $N=N$ $C_4H_9(t)$ $SO_3H$ $OH$ $NH$ $COOH$
(1)-18	H00C-O-N=N-OH-O-C00H
(I)-19	HOOC $N=N$ $OC_2H_5$ $OH$ $OC_2H_5$ $OH$ $OC_2H_5$ $OH$ $OC_2H_5$ $OH$ $OC_2H_5$ $OC_$
(1)-20	$OC_2H_5$ OH OC $OC_2H_5$ OH OC $OC_2H_5$ OH OC $OC_2H_5$ OH

[0027]

【表5】

表 1 (続き)

番	号	精 造 式
(1)-	-21	HOOC $\bigcirc$ N=N $\bigcirc$ N=N $\bigcirc$ N=N $\bigcirc$ NH $\bigcirc$ COOH SO <sub>3</sub> H
(1)-	-22	HOOC $\bigcirc$ N=N $\bigcirc$ N=N $\bigcirc$ N=N $\bigcirc$ NH $\bigcirc$ COOH
(1)-	-23	HOOC $N=N$ $C_4H_8(t)$ $SO_3H$ $NH$ $COOH$
(1)-	-24	HOOC $N=N$ $C_2H_5$ $OH$ $NH$ $OH$ $OH$ $OH$ $OH$ $OH$ $OH$ $OH$ $O$
(1)-	-25	HOOC ON=N OCH3 OH OCH3 OH COOH

[0028]

【表6】

表 1 (続き)

	क्रा (स्ट्रिंट)
番号	. 標 造 式
(1)-26	HOOC $C_3H_7(i)$ $SO_3H$ $NH$ $COOH$
(1)-27	HOOC OCH3 OH  SO3H  COOH
(1)-28	COOH OCH3 OH SO3H

【0029】また本発明に用いられる黄色色素として、カラーインデックスより13種の色素が選ばれているが、この場合、カラーインデックスは、AATCC及びSDCの共同編集による1971年発行の第3版カラー

インデックス(Colour Index)及びその追補 版をいう。

【0030】遊離酸の型が前記一般式(a)で示される 化合物の具体例として以下の(a)-1~(a)-3の 構造の色素(表2)が挙げられる。 [0031]

# 【表7】

表 2

[0032]

【表8】 9 (辞事)

	1X 2 (8LC)
番号	構 造 式
(a-3)	HOOC CH3  HOOC CH3

【0033】本発明で用いる前記一般式〔1〕で表わさ れる色素は、それ自体周知の方法〔例えば、細田豊著 「新染料化学」(昭和48年12月21日技報堂発行) 第396~409頁参照〕に従って、ジアゾ化、カップ リング工程を経て製造することができる。記録液中にお ける前記一般式〔1〕で表わされる色素と前記黄色染料 の一種以上を合計した染料の含有量は、記録液全量に対 して0. 5~20重量%、特に1~10重量%程度が好 ましい。

【0034】また、このときの一般式[1]で表わされ る染料と前配黄色染料との混合比は黄色染料の呈する色 調及びその強さが個々の染料で異なるため、それらの選 択の各組み合わせ毎に最適値が決定されるが、一般式 [I] で表わされる色素と黄色染料との重量混合比とし ては100:1~100:30の範囲内から選択され

【0035】本発明の記録液を構成する水性媒体として は、水及び水溶性有機溶媒からなるものが好ましい。水 溶性有機溶剤としては、例えばエチレングリコール、プ ロピレングリコール、ブチレングリコール、ジエチレン グリコール、トリエチレングリコール、1、2、6ーへ キサントリオール、ヘキシレングリコール等のアルキレ

ン鎖が2~6個の炭素原子を含むアルキレングリコール 類:ポリエチレングリコール(#200)、ポリエチレ ングリコール(#400)、ポリプロピレングリコール 等のポリアルキレングリコール類:グリセリン、N-メ チルピロリドン、N-エチルピロリドン、1、3-ジメ チルイミダゾリジノン、チオジエタノール、ジメチルス ルホキシド、エチレングリコールモノアリルエーテル、 エチレングリコールモノメチルエーテル、エチレングリ コールモノエチルエーテル、ジエチレングリコールモノ メチルエーテル、ジエチレングリコールモノエチルエー テル、ジエチレングリコールモノブチルエーテル、トリ エチレングリコールモノメチルエーテル、トリエチレン グリコールモノエチルエーテル、トリエチレングリコー ルモノブチルエーテル等の多価アルコールの低級アルキ ルエーテル類:2ーピロリドン、スルホラン、メチルア ルコール、エチルアルコール、イソプロパノール、nー ブタノール、secーブタノール、tertーブタノー ル、イソブタノール等の炭素数1~4のアルキルアルコ ール類:アセトン、ジアセトンアルコール等のケトン又 はケトンアルコール類;テトラヒドロフラン、ジオキサ ン等のエーテル類等を用いるのが好ましい。これらの水 溶性有機溶剤は、通常、記録液の全量に対して1~70 重量%の範囲で使用される。一方、水は記録液の全量に 対して45~95重量%の範囲で使用される。

【0036】本発明の記録液は、その全量に対して、 0.1~10重量%、好ましくは0.5~5重量%の尿 素、チオ尿素、ビウレット、セミカルバジドから選ばれ る化合物を添加したり、又、0.001~5重量%の界 面活性剤を添加することによって、印字後の速乾性及び 印字品位をより一層改良することができる。

# [0037]

【実施例】以下本発明を実施例によって更に詳細に説明 するが、本発明はその要旨を超えない限りこれらの実施 例に限定されるものではない。

#### 【0038】実施例1

ジエチレングリコール10重量部、イソプロピルアルコール3重量部、前記(I)-1の色素2.5重量部及びC.I.ダイレクトイエロー86、O.5重量部に水を加え、アンモニア水でpHを9に調整して全量を100重量部とした。この組成物を十分に混合して溶解し、発1μmのテフロンフィルターで加圧濾過した後、真空ポンプ及び超音波洗浄機で脱気処理して記録液を調製とた。得られた記録液を使用し、インクジェットプリンター(商品名 BJ-10Vキャノン社製)を用いて電子写真用紙(富士ゼロックス社製)にインクジェット記録を行い、高濃度の黒色印字物を得た。中字物の色調は鮮明で、他の色調を帯びない理想的なブラック色を呈した。また、下記(a)、(b)、(c)、(d)及び(e)の方法による諸評価を行った結果を示す。

【0039】(a) 記録画像の色調: 記録された画像

は、濃度が高く鮮明であった。ベタ印字部分を分光色差計(日本電色社製品SZ-Σ80)を用いて a \* 、 b \* 、及び c \* を測定したところ、

a \* = 2.7

b \* = -4.0

c \*= 4.8

いわゆる無彩色領域のブラックであった。

【0040】(b) 記録画像の耐光性:キセノンフェードメーター(スガ試験機社製品)を用いて、記録紙に100時間照射した。照射後の変退色は小さかった。

【0041】(c) 記録液の保存性: 記録液をテフロン 容器中に密閉し、5℃及び60℃で1ケ月間保存した後の変化を調べたところ、不溶物の析出は認められなかった。

【0042】(d)吐出の安定性:気温30℃、相対湿度20%に調整された室内でも3時間連続して安定な吐出が可能であった。

【0043】(e)吐出応答性:2秒毎の間歇吐出と、2ケ月間放置後の吐出についてオリフィス先端での目詰まりを観察したが、いずれも認められず、安定で均一な吐出を行うことができた。

# 【0044】比較例1

実施例1における(I)-1の色素及び、C. I. ダイレクトイエロー86を併用する代りに、(I)-1の色素のみを2.5重量部使用した以外は全て同様にして評価を行った。この結果、得られた印字物の色調は濃度の高い青味の黒色であった。a\*、b\*、c\*を測定したところ。

a ¥ ≡ 3.9

c \* = 7.4

であった。印字濃度は1.42であった。

# 【0045】実施例2

グリセリン5重量部、エチレングリコール10重量部、前記(I)-2の色素2.5重量部及びC.I.アシッドイエロー23、1.0重量部に水を加え、アンモニア水でpHを9に調整して全量を100重量部とし、この組成物を実施例1に記載の方法により処理して記録液を調製した。この記録液を使用し、実施例1と同様に印字を行った結果、高濃度の黒色印字物を得た。印字物の色調は鮮明で、他の色調を帯びない理想的なブラック色を呈した。

a \* = 0.3

b \* = -1.0

c \* = 1. 0

また、実施例1の(b)、(c)、(d)及び(e)の方法による諸評価を行ったが、いずれも良好な結果であった。

#### 【0046】実施例3

ジエチレングリコール10重量部、N-メチルピロリド



ン5重量部、イソプロピルアルコール3重量部、前記 (I) -3の色素3重量部及びC. I. ダイレクトイエロー132、O. 7重量部に水を加え、アンモニア水でpHを9に調整して全量を100重量部とし、この組成物を実施例1に記載の方法により処理して記録液を調製した。この記録液を使用し、実施例1と同様に印字を行った結果、高濃度の黒色印字物を得た。印字物の色調は鮮明で、他の色調を帯びない理想的なブラック色を呈した。印字物の印字濃度は1. 45であった。

a \* = 1.2

b \* = -1.6

c \* = 2.0

また、実施例1の(b)、(c)、(d)及び(e)の

表 3

方法による諸評価を行ったが、いずれも良好な結果であった。

【0047】 実施例4~15

実施例1において用いた前記(I)-1及びC. I. ダイレクトイエロー86の代りに、表3に示したように色素をそれぞれ使用した以外は、実施例1の方法により記録液を調製し、印字を行い、他の色調を帯びない理想的なブラック色を呈した。この記録物に対して実施例の(a)~(e)による諸評価を行った。その結果、実施例1と同様に何れも良好な結果を得た(表3参照)。

[0048]

【表9】

実施例 番 号	実施例 1 (I)-1 の 用いる色	色素体		実施例1にま タイレクトイエロー 80 用いる色素		に -
4	(1)-4	3.0	重量部	7シットイエロー 17:1	0.8	重量部
5	(1)-5	3.0	重量部	ダイレタトイエロー 106	0.5	重量部
6	(1)-6	3.0	重量部	91v7 + 110- 132	0. 6	重量部
7	(1)-7	2.5	重量部	(a)-1 の色素	0.5	重量部
8	8-(1)	3.5	重量部	7978410- 23	0.5	重量部
9	(1)-9	2.0	重量部	7918410- 28	0. 15	重量部
10	(1)-10	2.0	重量部	#4v#}4xa- 132	0. 3	重量部
11	(1)-11	2. 5	重量部	7シッドイエロ <b>-</b> 194	0.2	重量部
12	(1)-12	7. 0	電量電	(a)-2 の色素	1.0	重量部
13	(1)-13	2.4	重量部	91V911II- 194	0.7	重量部
14	(1)-14	5.0	重量部	91v9 h1II- 142	1.2	重量部
15	(1)-1 (1)-8	2. 0 1. 0	定量部 重量部	#1v#   110- 86 #1v#   110- 132	0. 2 0. 4	在量 在 是 在
16	(1)-7	4. 5	重量部	7918410- 28 84498410- 132	0.3 0.8	重量部
17	(1)-4	8.0	重量部	(a)-3 の色素	0. 4	重量部

# [0049]

【発明の効果】本発明の記録液は、インクジェット記録 用、筆記具用等として用いられ、普通紙に記録した場 合、高濃度で無彩色の黒色記録物を得ることができ、そ の耐光性が優れている他、記録液としての保存安定性も 良好である。

# This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning Operations and is not part of the Official Record

# **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

₩ BLACK BORDERS
IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
☐ FADED TEXT OR DRAWING
☐ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
GRAY SCALE DOCUMENTS
☑ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
□ other:

# IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.